

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-311007  
 (43)Date of publication of application : 23.10.2002

(51)Int.CI. G01N 30/32  
 G01N 30/26

(21)Application number : 2001-117656 (71)Applicant : HITACHI INSTRUMENTS SERVICE  
 CO LTD

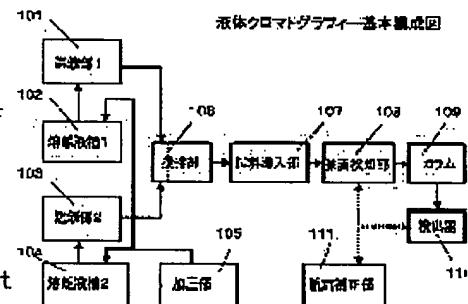
(22)Date of filing : 17.04.2001 (72)Inventor : KAKO MASAO  
 IWABUCHI KEIZO  
 KANEKO SATOO

## (54) LIQUID CHROMATOGRAPHY DEVICE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To apply micromachine technology based on a different idea from that of conventional means for further promoting micro-quantity sampling of a sample in analysis by liquid chromatography.

SOLUTION: This device comprises a parted chamber having a diaphragm which is flexibly expanded/contracted by external stimulation, a group of plural parted chambers adjacent to each other having a distance to each other, and a cylindrical space composed to cover diaphragm surfaces of the group of parted chambers. At least three micro-flow feeding devices are provided having a structure to get in contact with a surface facing the diaphragm in a first state where the diaphragm is expanded in the space to feed micro-flow from one end of the cylindrical space to the other end by expanding/contracting the diaphragm of the parted chamber group in order. The first and the second micro-flow feeding device feeds respective liquids. In the third micro-flow feeding device, drive to the diaphragm in the parted chamber group is conducted to make expansion/contraction action in order and reversely, so that the third micro-flow feeding device is provided with an agitating function. A signal detecting a correction signal of a pulsation detector to detect pulsation generated in feeding liquid by the feeding device is corrected.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-311007

(P2002-311007A)

(43)公開日 平成14年10月23日 (2002.10.23)

(51)IntCl'

G 01 N 30/32  
30/26

識別記号

F 1

G 01 N 30/32  
30/26

マークド(参考)

C  
E

## 審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全4頁)

(21)出願番号 特願2001-117656(P2001-117656)

(71)出願人 300050367

(22)出願日 平成13年4月17日 (2001.4.17)

日立計測器サービス株式会社

東京都新宿区四谷4丁目28番8号

(72)発明者 加米 雅郎

東京都新宿区四谷4丁目28番8号 日立計  
測器サービス株式会社内

(72)発明者 岩渕 敬三

東京都新宿区四谷4丁目28番8号 日立計  
測器サービス株式会社内

(72)発明者 金子 錦男

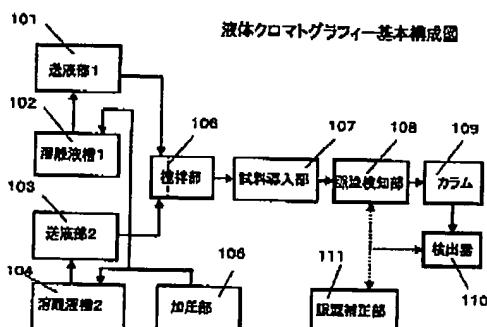
東京都新宿区四谷4丁目28番8号 日立計  
測器サービス株式会社内

## (54)【発明の名称】 液体クロマトグラフィー装置

## (57)【要約】 (修正有)

【課題】液体クロマトグラフィーによる分析において、試料の微量採取化を更に進めるため従来の手段とは発想を異にしたマイクロマシン技術の応用を行う。

【解決手段】外部剥離で柔軟化伸縮する隔膜を有した隔壁と、前記隔壁をある距離をおいて互いに隣接した複数の隔壁群と、前記隔壁群の隔壁面を覆うように構成された筒状の空間を有し、前記空間内で前記隔壁が伸びた第一の状態の時に、前記隔壁に對向する面に接する構造有し、前記隔壁群の隔壁を順次伸縮動作させることで、前記筒状の空間の一端からもう一端に微量の流量で送液する微量送液装置を少なくとも3台有し第一及び第二の微量送液装置はそれぞれの液体を送液し、第三の微量送液装置では、前記隔壁群の隔壁の駆動を順次及び逆の伸縮動作を行うことで、第三の微量送液装置に攪拌機能を有し、前記送液装置で送液時に生じる脈流を検知する脈流検知機の補正信号を検知した信号を補正する。



(2)

特開2002-311007

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも溶離液槽及び送液部を2組以上有し、前記溶離液槽には加圧部が接続され、前記送液部の出力はそれぞれ攪拌部に接続され、前記攪拌部の出力は試料導入部、脈流検知器及びカラムを介して検出器に至る構成を有し、前記送液部、攪拌部、試料導入部、カラム、検出器等の経路で生じる脈流を脈流検知器で検知し、検出器で検出した分析データを脈流検知補正部で補正することを特徴とした微流量送液及び攪拌装置を有する液体クロマトグラフィー装置

【請求項2】外部刺激で柔軟に伸縮する隔膜を有した隔室と、前記隔室を有する距離を有して互いに隣接した複数の隔室群と、前記隔室群の隔膜面を復すように構成された筒状の空間を有し、前記空間内で前記隔膜が伸びた第一の状態の時に、前記隔膜に対向する面に接する構造有し、前記隔室群の隔膜を順次伸縮動作させることで、前記筒状の空間の一端からもう一端に微量の流量で送液することを特徴とする微流量送液装置を少なくとも3台有し、第一及び第二の微流量送液装置はそれぞれの液体を送液し、第三の微流量送液装置では、前記隔室群の隔膜の駆動を順次及び逆の伸縮動作を行うことで、攪拌機能を有したことと特徴とした請求項1に記載の微流量送液及び攪拌装置を有する液体クロマトグラフィー装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、主に液体クロマトグラフィーに関し、特に微流量で分析を行うための送液ポンプ及び攪拌装置に関するもの。

## 【0002】

【従来の技術】液体クロマトグラフィーによる分析は試料の微量採取化の傾向が著しくなり、最近の送液流量はμL/秒の領域に至ってきた。今後、更に微流量化の方向に進むことが予想される。なお、現状の微流量化は極細のシリンジポンプの応用などで行っている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】液体クロマトグラフィーによる分析において、試料の微量採取化を更に進めると、従来のような既存の送液手段では実現が容易ではなくなってきた。したがって、今後更なる微流量化において従来の手段とは発想を異にした微小部品を製作等のマイクロマシン技術の応用が必要になってきた。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】上記課題は、少なくとも、溶離液槽及び送液部を2組以上有し、溶離液槽には加圧部をそれぞれ接続し、送液部の出力はそれぞれ攪拌部に接続し、攪拌部の出力は試料導入部、脈流検知器及びカラムを介して検出器に至る構成を有し、前記の送液部、攪拌部、試料導入部、カラム、検出器等の経路で生じる脈流を脈流検知器で検知し、検出器で検出した分析データを脈流検知補正部で補正する微流量送液及び攪拌

装置を有する液体クロマトグラフィー装置で構成する。

## 【0005】

【発明の実施の形態】上記構成において、送液部は外部刺激で柔軟に伸縮する隔膜を有した隔室と、前記隔室を有する距離を有して互いに隣接した複数の隔室群と、前記隔室群の隔膜面を復すように構成された筒状の空間を有し、前記空間内で前記隔膜が伸びた第一の状態の時に、前記隔膜に対向する面に接する構造有し、前記隔室群の隔膜を順次伸縮動作させることで、前記筒状の空間の一端からもう一端に微量の流量で送液する微流量送液装置を構成する。また、攪拌部は、微流量送液装置において、前記隔室群の隔膜の駆動を順次及び逆の伸縮動作を行うことで第三の微流量送液装置に攪拌機能を持たせるものである。更に、送液部、攪拌部、試料導入部、カラム、検出器等の経路で生じる脈流を脈流検知器で検知し、検出器で検出した分析データを脈流検知補正部で補正することで安定した分析を行うことが出来る。

## 【0006】

【実施例】以下、図面を参照して本発明の一実施例を説明する。図1は本発明の一実施例を示す微流量送液及び攪拌機能を有した液体クロマトグラフィー装置のプロック図である。図1において、101及び103はそれぞれ微流量送液部を、102及び104はそれぞれ溶離液槽を、105は加圧部で溶離液槽102及び104の溶離液を送液部101及び103に供給する機能を有す。106は攪拌部を示し、送液部101及び103から送られた2種類の溶離液を攪拌する。107は試料導入部、108は脈流検知部、109はカラム、110は検出器、111は脈流補正部を示す。

【0007】図2は本発明の一実施例で微流量送液及び攪拌機能の詳細説明図である。図2において、201は外部刺激で柔軟に伸縮する隔膜を、202は隔壁202a、bで構成した隔壁を、203は攪拌機能を有した送液装置の入口を、204はその出口を、205は送液又は攪拌される溶離液をそれぞれ示す。図3は図2に示した送液及び攪拌装置の動作(a)～(f)の詳細説明を示したものである。

【0008】図2に示した1から4の数字を施した矢印は、外部刺激で柔軟に伸縮する隔膜201を制御する方向を示している。例えば隔壁201の制御を圧力的に制御する場合は、上向きの矢印は隔壁201が上側に圧力を受け隔壁202aに密着し、流路が遮断され溶離液がせき止められた状態を示す。矢印が上向きの場合は流路遮断の状態を、矢印が下向きの場合は流路開放の状態をそれぞれ示す。図中左側に付した(a)～(f)は隔壁201の状態と溶離液の流れの関係を時系列的に示している。

【0009】図2において(a)は溶離液が送液装置入口203でせき止められた状態を、(b)は溶離液が隔壁1まで送液された状態を、(c)は溶離液が隔壁1

(3)

特開2002-311007

3

(矢印1左上の隔室202)及び隔室2(矢印2左上の隔室202)まで送液された状態を、(d)は溶離液が隔室1、2及び3まで送液された状態を、(e)は溶離液が隔室1から出口まで送液された状態を、(f)は溶離液が入口から出口まで連続的に送液されている状態を示したものである。以上のように、溶離液を送液する場合は隔膜201の制御を入口から出口に向かって順番に駆動することで可能となる。(a)～(f)に示したように順番に隔膜201を駆動すると、溶離液は矢印206で示す方向に送液される。

【0010】図2では送液について説明したが、隔膜201の駆動手順を変えることにより、新たな使い方(搅拌機能)を提供できる。例えば、図2に示した入口を2口設け、それぞれ別の溶離液を送液した状態で、最初は隔膜201の駆動を順番に駆動し、溶離液が隔室1及び2まで満たされたときに、溶離液が一部逆流する方向に隔膜201を駆動し、再度順方向(矢印206で示す方向)に送液することで2種類の溶離液を搅拌しかつ、送液することが可能となる。なお、溶離液の流量は、隔室の容積と隔膜201の駆動速度で任意に決定できる。したがって、隔室202の容積を小さくするためにマイクロマシン技術の応用すると、隔室の容積より小さくすることが可能となり微流量送液が可能な送液ポンプを実現できる。

【0011】以上微流量送液装置と搅拌機能について説明したが、図1に戻り本発明の「微流量送液及び搅拌装置」について説明を行う。図1において、溶離液槽102及び104の溶離液は送液部101及び103で微量の溶離液を搅拌部106に送液される。搅拌部106では送液部101及び103から送液された2種類の溶離液を搅拌する。搅拌部106で搅拌された溶離液は試料導入部、脈流検知部108及びカラム109を介して検出器110で分析される。

【0012】本発明では図2に示したように蠕動形微流量ポンプを送液及び搅拌装置として使用するため、送液に脈流が生じるが脈流検知部108が流路の脈流を検知し、脈流補正部111では検出器110で得られた分析データの補正を行うことで、微流量送液及び搅拌装置を

4

有する液体クロマトグラフィー装置を提供できる。

【0013】

【発明の効果】本発明によれば、液体クロマトグラフィーで試料を分析する際に、従来では微量の送液が難しかったが、 $\mu$ L以下の送液に応用することで、微量のサンプリングの可能性が生じてきた。またポンプ機能のみならず、制御方法を変えることでミキシング機能も備えた微流量送液及び搅拌機能を有した装置を提供することが出来る。なお、本システムは構造上、送液時に多少の脈流が生じるが脈流を検知し補正する機能を有しているために、安定した微量分析を行うことが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示す微流量送液及び搅拌機能を有した液体クロマトグラフィー装置のブロック図である。

【図2】本発明の一実施例で説明の微流量送液及び搅拌機能の詳細説明図である。

【図3】本発明の一実施例(図2)を説明するフロー図である。

20 【符号の説明】

101 送液部1

102 送液部2

103 溶離液槽1

104 溶離液槽2

105 加圧部

106 搅拌部

107 試料導入部

108 脈流検知部

109 カラム

30 110 検出器

111 脈流補正部

201 隔膜

202 隔室

202a 隔壁a

202b 隔壁b

203 溶離液入口

204 溶離液出口

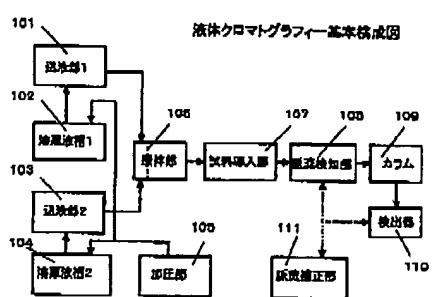
205 溶離液

206 溶離液の流れ

(1)

特開2002-311007

【図1】



【図2】



【図3】

